

DEHYDRATION TREATMENT OF POROUS PREFORM FOR OPTICAL FIBER

[71] **Applicant:** NIPPON TELEGR & TELEPH CORP <NTT>; FUJIKURA LTD;

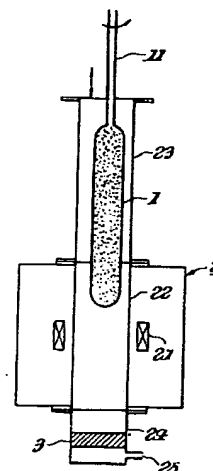
[72] **Inventors:** EDAHIRO TAKAO;; MORIYAMA TAKASHI

[21] **Application No.:** JP55107374

[22] **Filed:** 19800805

[43] **Published:** 19820224

Retrieve text/document



[57] **Abstract:**

PURPOSE: To improve the effect of dehydration of a porous preform rod for optical fiber, by carrying out the dehydration of the porous preform rod for optical fiber with a dehydrating gas introduced into the heating furnace through a catalyst composed of fine powder of porous glass.

CONSTITUTION: A porous preform rod 1 for optical fiber is placed in the inner cylindrical muffle 22 made of a quartz tube and positioned in an electrical furnace 2 having a carbon heater 21. The dehydration catalyst 3 is disposed in the lower flange 24 made of a quartz tube. The dehydration catalyst 3 is, e.g. fine powder of porous glass prepared by the VAD process using flame hydrolysis or thermoxidation reaction. A gaseous mixture of the He and a dehydrating agent is introduced through the lower inlet 25 of the furnace 2 and the catalyst 3 into the muffle 22, and at the same time, the optical fiber preform 1 is heated with the heater 21 at about 1,450W/1,550°C. The optical fiber preform 1 which is amere aggregate of the porous glass fine powder is sintered and vitrified to a transparent glass rod by the simultaneously dehydration with the dehydrating gas and the melting and sintering of the preform at high temperature.

COPYRIGHT: (C)1982, JPO&Japio

[51] **Int'l Class:** C03B03700 C03B02000 G02B00514

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑭ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57—34034

⑪ Int. Cl.³
C 03 B 37/00
20/00
//G 02 B 5/14

識別記号

庁内整理番号
7730—4G
7529—2H

⑬ 公開 昭和57年(1982)2月24日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑭ 光ファイバ用多孔質母材の脱水処理法

⑮ 発明者 森山隆

佐倉市六崎1440番地藤倉電線株
式会社佐倉工場内

⑯ 特 願 昭55—107374

⑰ 出 願 昭55(1980)8月5日

⑱ 発明者 枝広隆夫

茨城県那珂郡東海村大字白方字
白根162番地日本電信電話公社
茨城電気通信研究所内

⑲ 出 願 人 日本電信電話公社

⑲ 出 願 人 藤倉電線株式会社

東京都江東区木場一丁目5番1
号

⑳ 代理人 弁理士 佐藤祐介

明 細 書

1. 発明の名称

光ファイバ用多孔質母材の脱水処理法

2. 特許請求の範囲

(1) 光ファイバ用多孔質母材を加熱炉内において脱水ガス雰囲気下で脱水処理するに際し、前記脱水ガスを、予め活性化された、熱酸化反応または加水分解反応によって作られた多孔質ガラス微粉末からなる触媒中を通過させた後加熱炉内に送り込むことを特徴とする光ファイバ用多孔質母材の脱水処理法。

(2) 前記触媒の活性化を加熱炉からの輻射熱で行なうことを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の光ファイバ用多孔質母材の脱水処理法。

(3) 前記加熱炉内温度が光ファイバ用多孔質母材の焼結温度であることを特徴とする特許請求の範囲第1項または第2項記載の光ファイバ用多孔質母材の脱水処理法。

(4) 前記触媒をなす多孔質ガラス微粉末が $81O_2$ ・ P_2O_5 ・ GeO_2 系三元酸化物であることを特

徴とする特許請求の範囲第1項または第2項記載の光ファイバ用多孔質母材の脱水処理法。

8. 発明の詳細な説明

この発明は、光通信に用いる光ファイバの素材となる多孔質母材を脱水処理する方法に関する。

通信用の光ファイバは、通常、熱酸化反応または加水分解反応を利用して多孔質ガラス微粉末を棒状基材の先端に軸方向に堆積させたり、棒状基材の外周に堆積させる、いわゆる VAD 法あるいは外付け法により光ファイバ用多孔質母材を作り、これを加熱して焼結し、透明ガラス化して、その後加熱線引きして紡糸することにより製造される。ところでこの光ファイバ中に OH 基が存在すると、特定波長帯での吸収が生じるため、これを除去する必要がある。そこで従来では多孔質母材を H_2O 、 $SOCl_2$ 、 CCl_4 などの脱水ガス雰囲気下で脱水処理し、その後焼結を行っていた。ところで脱水効果をあげるためには長時間を要するので、本発明等がその原因を

調べたところ多孔質母材に含まれるOH基量以上に脱水ガス中にOH基が存在することが判明した。

本発明は、この点に鑑み脱水ガス中に含まれるOH基を除去することにより脱水効果を高めるようにした光ファイバ用多孔質母材の脱水処理法を提供することを目的とする。

一般に $\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ 等の二元酸化物触媒は、焼結処理によって二元酸化物中に酸点と塩基点とを有することが知られている。そして水(OH基)はルイス酸として作用するため、塩基点を有する触媒と反応するので、二元酸化物触媒を用いれば、OH基を除去することが可能である。本発明者等は、上記光ファイバの製造工程において、火炎加水分解反応または熱酸化反応により作られる多孔質ガラス微粉末が SiO_2 を主成分とし P_2O_5 や GeO_2 等を含むものであることに着目し、この多孔質ガラス微粉末もまた上記二元酸化物触媒としての作用をもつものと予想し、上記多孔質ガラス微粉末を脱水用の触媒

として用いる本発明をなしたものである。

以下、本発明の一実施例について図面を参照しながら説明する。第1図は本発明の一実施例を模式的に示すもので、この図において1はVAD法により作られた多孔質ガラス微粉末が棒状基材11の先端に軸方向に堆積してなる光ファイバ母材である。この母材1は、例えば下表に示す条件で原料ガスをバーナに送り込んで行なう火炎加水分解法を用いたVAD法により作製され、そのサイズは例えば長さ300mm、直径55mmとする。

表

原料ガス	流 量
SiCl_4	$500\text{ cc}/\text{min}$
P_2OCl_2	$10\text{ cc}/\text{min}$
GeOCl_2	$30\text{ cc}/\text{min}$
H_2	$3.5\text{ l}/\text{min}$
O_2	$3.5\text{ l}/\text{min}$

そしてこの光ファイバ母材1は、カーボンヒータ21を有する電気炉2の石英管でなる内筒マッフル22内に配置される。22は石英管でなる上部フランジであり、24は石英管でなる下部フランジであって、この下部フランジ24内に脱水用触媒3が配置される。25は H_2 、 SiOCl_2 、 Cl_2 等の脱水ガス等の入口である。

この脱水用触媒3は、例えば上記と同様の条件で火炎加水分解法または熱酸化反応を用いたVAD法により作られた多孔質ガラス微粉末からなる。この多孔質ガラス微粉末の成分は $\text{SiO}_2 \cdot \text{P}_2\text{O}_5 \cdot \text{GeO}_2$ 系三元酸化物であるから、上述の二元酸化物の脱水用触媒としての機能を果たす。この多孔質ガラス微粉末からなる脱水用触媒3は、電気炉2の下部に配置されるため、上部の炉からの輻射熱によって加熱される。まずこの触媒3の温度が200～300℃になるようにして入口25から H_2 ガスを導入し、多孔質ガラス微粉末を活性化させ、触媒作用を高めるよう前処理する。この実施例では H_2 を5 l/minで送り

込みながら、300℃で30分間この前処理を行なった。ここで、この前処理が電気炉2の輻射熱を利用して行なわれていることに着目すべきである。

次に炉下部の入口25から H_2 及び脱水剤をガス状にして、触媒3を通してマッフル22内に導入するとともに、光ファイバ母材1をカーボンヒータ21により1450～1550℃程度に加熱する。すると脱水ガスにより脱水が行なわれるとともに、高温のため多孔質ガラス微粉末が熔融焼結し、多孔質ガラス微粉末の単なる堆積体であった光ファイバ母材1が焼結ガラス化して透明ガラス体となる。この実施例では温度を1450～1550℃とし、 H_2 を5 l/min、 Cl_2 (脱水用ガス)を80 cc/minで送り込み、光ファイバ母材1を250 mm/hの速度で降下させながら、この脱水工程と焼結工程とを同時に行なった。

こうして脱水及び透明ガラス化された光ファイバ母材1を用いて光ファイバを作製し、その波長特性を計測してみたところ、第2図に示す

結果が得られた。第2図における実験が上述のようにして作った光ファイバの特性であり、点線は未脱水の光ファイバ母材を用いて作った光ファイバの特性を示す。この第2図から分るように、 $1.4\mu\text{m}$ 付近等のOH基吸収による損失のピークは殆んど検知されない程度になっている。そのためOH基の残留量は1ppb以下と推定される。

以上、実施例について説明したように、本発明によれば、脱水工程と焼結工程とを同時に行なうことができ、しかもOH基残留量を1ppb以下にすることが可能である。そのため脱水工程と焼結工程とを短時間で同時に行なうことができ、かつ脱水効果が大い。その結果、他のいかなる方法（例えば現在最も残留OH基量が少ない方法と考えられている内付けCVD法）よりも残留OH基量の少ない光ファイバを製造することができる。なお、上記の実施例では触媒となる多孔質ガラス微粉末を光ファイバ用と同様にVAD法で作製したが、別途に作製する

ようにしてもよい。またこの多孔質ガラス微粉末を用いて行なう脱水処理法は光ファイバの製造工程だけでなく、他にも適用できるものである。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例を示す模式図、第2図は同実施例により作られた光ファイバの波長特性を示すグラフである。

- | | |
|------------|-----------|
| 1…光ファイバ母材 | 2…電気炉 |
| 21…カーボンヒータ | 22…内筒マッフル |
| 23…上部フランジ | 24…下部フランジ |
| 25…ガス入口 | 3…脱水用触媒 |

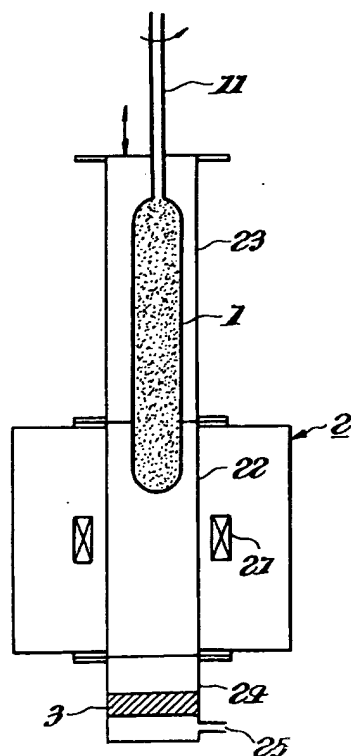
出願人 日本電信電話公社

藤倉電線株式会社

代理人 弁理士 佐藤 祐介



第1図



第2図

